


# CYCLODEXTRIN CLATHRATE COMPOUND OF VANILLYL ALCOHOL DERIVATIVE AND COMPOSITION CONTAINING THE SAME

**Patent number:** JP2002003430  
**Publication date:** 2002-01-09  
**Inventor:** ISHIDA MASAYA; KUNIEDA SATOMI; AMANO AKIRA  
**Applicant:** TAKASAGO PERFUMERY CO LTD  
**Classification:**  
**- international:** **A23L1/22; A23L2/56; A61K8/34; A61K8/73; A61Q5/00; A61Q5/02; A61Q11/00; A61Q19/00; A61Q19/10; C08B37/00; A23L1/22; A23L2/52; A61K8/30; A61K8/72; A61Q5/00; A61Q5/02; A61Q11/00; A61Q19/00; A61Q19/10; C08B37/00; (IPC1-7): A23L2/00; A23L2/38; C07C43/253; A23G3/30; A23L1/22; A23L1/226; A61K7/00; A61K7/075; A61K7/16; A61K7/46; A61K7/50; C07B63/02; C07C41/46**  
**- european:** A23L1/22B6; A23L2/56; A61K8/34F; A61K8/73T; A61Q5/00; A61Q5/02; A61Q11/00; A61Q19/00; A61Q19/10; C08B37/00M2B2  
**Application number:** JP20000184075 20000620  
**Priority number(s):** JP20000184075 20000620

## Also published as:

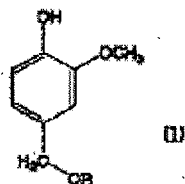
 EP1167435 (A2)  
US6570010 (B2)  
US2002013235 (A1)  
EP1167435 (A3)  
EP1167435 (B1)

more >>

**Report a data error here**

## Abstract of JP2002003430

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a clathrate compound of vanillyl alcohol derivative having spicy taste property, warm feeling effect and cool feeling or refreshing feeling enhancing effect obtained when combinedly used with a cold feeling-imparting agent and a composition containing the above derivative. **SOLUTION:** This clathrate compound is obtained by enclosing a vanillyl alcohol derivative represented by a general formula 1 (wherein R represents a 1-6C alkyl group) with a cyclodextrin or a branched cyclodextrin. The refreshing agent, composition for oral cavity, skin care preparation, bathing agent or foods and beverages each comprises the above clathrate compound.



(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-3430

(P2002-3430A)

(43) 公開日 平成14年1月9日 (2002. 1. 9)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード* (参考)
C 0 7 C 43/253		C 0 7 C 43/253	4 B 0 1 4
A 2 3 G 3/30		A 2 3 G 3/30	4 B 0 1 7
A 2 3 L 1/22		A 2 3 L 1/22	C 4 B 0 4 7
	1/226		F 4 C 0 8 3
A 6 1 K 7/00		A 6 1 K 7/00	C 4 H 0 0 6
審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 13 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2000-184075 (P2000-184075)

(22) 出願日 平成12年6月20日 (2000. 6. 20)

(71) 出願人 000169466

高砂香料工業株式会社

東京都大田区蒲田五丁目37番1号

(72) 発明者 石田 賢哉

神奈川県平塚市西八幡1丁目4番11号 高

砂香料工業株式会社総合研究所内

(72) 発明者 國枝 里美

神奈川県平塚市西八幡1丁目4番11号 高

砂香料工業株式会社総合研究所内

(74) 代理人 100087022

弁理士 井上 昭 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ワニリルアルコール誘導体のサイクロデキストリン包接化合物、及びそれを含有する組成物

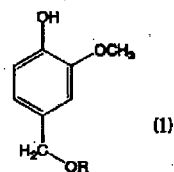
(57) 【要約】

【課題】 辛味性、温感効果、及び冷感剤と併用したときの冷感あるいは清涼感増強効果を有するワニリルアルコール誘導体の包接化合物及びそれを含有する組成物を提\*

\* 供する。

【解決手段】 一般式1

【化1】



(式中、Rは炭素数1～6のアルキル基を表す。)で表されるワニリルアルコール誘導体をサイクロデキストリン又は分岐サイクロデキストリンで包接してなる包接化

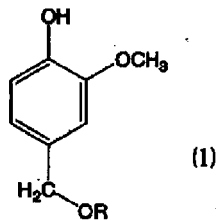
合物。該包接化合物を含有する清涼剤、口腔用組成物、皮膚外用剤、浴用剤、飲食品。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式1

\*【化1】

\*



(式中、Rは炭素数1～6のアルキル基を表す。)で表されるワニリルアルコール誘導体をサイクロデキストリン又は分岐サイクロデキストリンで包接してなる包接化合物。

【請求項2】 前記一般式1で表されるワニリルアルコール誘導体がワニリル-n-ブチルエーテルである、請求項1記載の包接化合物。

【請求項3】 前記サイクロデキストリンがβ-サイクロデキストリンである、請求項1又は2記載の包接化合物。

【請求項4】 ワニリルアルコール誘導体をサイクロデキストリン又は分岐サイクロデキストリンで包接化することを特徴とする、ワニリルアルコール誘導体の呈味改善方法。

【請求項5】 請求項1～3のいずれか1項に記載の包接化合物とメントールを含有することを特徴とする清涼剤。

【請求項6】 請求項1～3のいずれか1項に記載の包接化合物を0.00001～10質量%を含有することを特徴とする口腔用組成物。

【請求項7】 請求項1～3のいずれか1項に記載の包接化合物を0.00001～10質量%を含有する皮膚外用剤。

【請求項8】 請求項1～3のいずれか1項に記載の包接化合物を0.00001～10質量%を含有する浴用剤。

【請求項9】 請求項1～3のいずれか1項に記載の包接化合物を0.00001～10質量%を含有する飲食品。

【請求項10】 サイクロデキストリン又は分岐サイクロデキストリンの1～50質量%の水溶液に、サイクロデキストリン又は分岐サイクロデキストリンに対してワニリルアルコール誘導体を0.1～1倍(モル比)添加することを特徴とする、ワニリルアルコール誘導体の包接化合物の調製方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ワニリルアルコール誘導体の包接化合物、その製造方法及びそれを含有する組成物に関する。特に、辛味性、温感効果、及び冷感

10 剤と併用したときの冷感あるいは清涼感増強効果を有するワニリルアルコール誘導体の包接化合物及びそれを含有する組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】ワニリルアルコールのエーテル化合物はメチル或いはエチルエーテルとしてワニラ豆中にその香気成分として存在することが知られている〔J. Agric. Food Chem., vol. 26 No. 1, 195 (1978)〕。また、前記一般式1で表されるワニリルアルコール誘導体(以下、VEとも記載する)が強い辛味、温感効果を有すること(特公昭61-9293号公報)や、メントールの清涼感効果を増強する効果のあること(特公昭61-55889号公報)が知られている。一方、これらVEは強い辛味、温感効果を有するものの、苦みエグミの様な雑味を有しており、また、強い刺激性があり取り扱いに注意を要すること、水に対する溶解性が著しく低いこと、更には経時着色が生じ易い等の問題があった。

【0003】

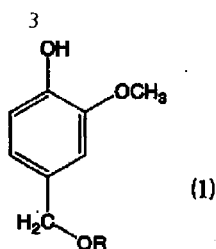
【発明が解決しようとする課題】従って、本発明は、VEのもつ雑味、水溶性、安定性を改善させる事を課題とする。つまり、雑味、水溶性等を改善し、且つ、優れた辛味、温感効果、冷感剤と併用したときの冷感あるいは清涼感の増強及び持続性効果を有する新規なVEの包接化合物、及びそれを含有する組成物を提供する事を課題とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決するため種々検討を重ねた結果、VEをサイクロデキストリン(以下、CDとも記載する)で包接させることにより、VEの雑味、水溶性等を改善すると共に辛味、温感効果、及び、冷感剤と併用したときの冷感あるいは清涼感の増強効果の強度及び持続性を向上させること、本包接化合物は1工程で製造できることを見だし本発明を完成するに至った。本発明は、以下の各発明を包含する。

【0005】(1) 一般式1

【化2】



(式中、Rは炭素数1～6のアルキル基を表す。)で表されるワニリルアルコール誘導体をサイクロデキストリン又は分岐サイクロデキストリンで包接してなる包接化合物。

【0006】(2) 前記一般式1で表されるワニリルアルコール誘導体がワニリル-n-ブチルエーテルである(1)項記載の包接化合物。

(3) 前記サイクロデキストリンがβ-サイクロデキストリンである(1)項又は(2)項に記載の包接化合物。

【0007】(4) ワニリルアルコール誘導体をサイクロデキストリン又は分岐サイクロデキストリンで包接化することを特徴とする、ワニリルアルコール誘導体の呈味改善方法。

(5) (1)項～(3)項のいずれか1項に記載の包接化合物とメントールを含有することを特徴とする、清涼剤。

【0008】(6) (1)項～(3)項のいずれか1項に記載の包接化合物を0.0001～10質量%含有することを特徴とする口腔用組成物、皮膚外用剤、浴用剤又は飲食品。

(7) サイクロデキストリン又は分岐サイクロデキストリンの1～50質量%の水溶液にワニリルアルコール誘導体を0.1～1倍(モル比)添加することを特徴とする、ワニリルアルコール誘導体包接化合物の調製方法。

【0009】

【発明の実施の形態】以下に、本発明を詳細に説明する。本発明の包接化合物又は包接体とは、2種の分子(ホスト分子、ゲスト分子)が適当な条件下で、ホスト分子がかご形のような包接格子を作り、そのすき間にゲスト分子が取り込まれる(包接される)ことによって生じる化合物をいう。本発明に用いられるCDとは、α-CD、β-CD、γ-CD等の非分岐CD、又は、これらCDにグルコース、マルトース、マルトトリオース等の小糖類が1分子、又は2分子α-1,6結合したものの、或いは酸化プロピレンの付加によりヒドロキシプロピル基が3～8分子結合した分岐CDであり、グルコース分子が1個結合したものをグルコシルCD(以下、G1-CDと記載する)、2個結合したものをジグルコシルCD(以下、G1-G1-CDと記載する)、同様にマルトース分子が1個結合したものをマルトシルCD(以下、G2-CDと記載する)、2個結合したものをジマルトシルCD(以下、G2-G2-CDとする)、ヒドロキシプロピル基が3～8分子結合したものをヒドロキシプロピルCD(以下、HP-CDとする)と称する。本発明では、好ましいCDとしてはβ-CD、又は

G1-β-CD、G2-β-CD等の分岐β-CD又はγ-CDを挙げることができる。また、CDは、単独もしくは、2種以上を組み合わせ使用することもできる。

【0010】本発明の包接化合物は、VEとCDとを水の存在下に接触させ、VEとCDの包接化合物を生成せしめ、析出する包接化合物を濾過、乾燥して得るか、あるいはこのまま水溶液として、さらには所望によりこの包接化合物を乾燥、粉末化することにより製造される。接触の方法は、通常、CDを水に溶解し、これにVEを添加し、攪拌機、ホモジナイザー等で数秒～数時間激しく攪拌、又は振盪することにより行われるが、密閉容器中で振盪する方法や、超音波処理による包接法も可能である。VEは、そのまま、あるいは適当な有機溶媒に溶解して添加することができる。

【0011】本発明で使用される有機溶媒としては、例えばアセトン、エタノール、メタノール、イソプロパノール、テトラヒドロフラン、などを挙げることができる。また、有機溶媒の使用量については、VEが溶解すればよく、特に制限はない。VEの使用量は通常CDに対して0.1～1倍モル、好ましくは0.5～1.0倍モルである。接触反応温度については、通常0～70℃、好ましくは5～60℃である。得られた包接化合物は、通常そのまま乾燥し粉末化することでVEを含有する包接化合物粉末にすることが出来る。本発明の包接化合物が包接体を形成していることは、核磁気共鳴装置(NMR)による測定方法によって確認することが出来る。本発明により得られるVEのCD包接化合物は、種々の形態で用いることが可能であり、粉末として、あるいは溶液のまま用いることもできる。

【0012】本発明により得られるVEのCD包接化合物は、製品の種類、使用目的などにより、その適用範囲や適用方法を適宜変える必要があるが、通常、製品的全組成に対して0.0001～10質量%、特に0.001～5質量%の濃度で用いるのが好ましい。また、その適用対象となる製品には、それぞれの使用目的に応じた任意の成分を適宜配合することができ、すなわち、香粧品類、保険衛生材料、医薬品、飲食品などとして提供することができる。

【0013】例えば、柔軟化粧水、収れん化粧水、ふきとり化粧水、乳液、全身用ローション、アフターシェービングローション及びジェル、マッサージクリーム、クレンジングクリーム及びジェル、温感・冷感パップ

剤、シャンプー、コンディショナー類、香水、コロソ  
ン類、ヘアートニック、ヘアークリーム類、育毛ローショ  
ン等の頭髮化粧料、液体、及び粉末入浴剤、石鹸、洗  
剤、ソフトナー類、室内芳香剤、歯磨、口腔洗浄料、軟  
膏、清涼飲料、ドリンク剤、ガム、キャンディー等に配  
合することができ、特に後記実施例に示すような全身用  
ローション、口腔洗浄料、シャンプー、ヘアートニック  
などの、水を主成分とする水中油型製剤や入浴剤のよう  
な水に溶解して用いる製剤に好適に使用される。

【0014】また、本発明包接化合物は、他の温感剤、  
例えばトウガラシ末、トウガラシチンキ、トウガラシエ  
キス、カプサイシン、ノニル酸ワニルアミド、アリル  
イソチオシアネート等と併用することも可能であり、更

核磁気共鳴スペクトル： $^1\text{H-NMR}$ ：AM-400 (400MHz) (ブルッ

カー社製)

外部標準物質：テトラメチルシラン

紫外線吸収スペクトル(UV)：UV-260 (株式会社島津製作所製)

【0016】実施例1 ワニル- $n$ -ブチルエーテルの  
 $\beta$ -CD包接化合物の調製

$\beta$ -CD (日本食品加工社製) 22.7g (0.02mol) を水3  
00mlに60°Cで攪拌下溶解し、ここへワニル- $n$ -ブチル  
エーテル (高砂香料工業株式会社製) 4.2 g (0.02mol)  
を添加した。溶液を同温で約1時間攪拌した後冷却し、  
析出した結晶を5°Cで濾取、水洗後凍結乾燥を行い、目  
的とするワニル- $n$ -ブチルエーテルの $\beta$ -CD包接化  
合物 22.0 g を白色の粉末として得た。得られた包接化  
合物について、プロトン核磁気共鳴スペクトル( $^1\text{H-NMR}$ ) [溶媒=重水素化ジメチルスルホキシド： $(\text{C}$   
 $\text{D}_3)_2\text{SO}$ ] 及び水溶液の紫外線吸収スペクトル (279nm)  
を測定し、このものは $\beta$ -CD：ワニル- $n$ -ブチル  
エーテルのモル比が約1：0.79 (1000mg中にワニ  
ル- $n$ -ブチルエーテル128mg含有)であることを確認  
した。

【0017】本化合物が単なる混合物ではなく、包接体  
を形成していることを確認するために、 $^1\text{H-NMR}$ 解  
析を行った。図1はワニル- $n$ -ブチルエーテル (A)  
及び本発明化合物、即ちワニル- $n$ -ブチルエーテルの  
 $\beta$ -CD包接化合物 (B) のテトラメチルシラン (TM  
S) を外部標準としたワニル- $n$ -ブチルエーテル芳香  
環部位の $^1\text{H-NMR}$ スペクトル (重水溶液) である  
が、AとBのスペクトルの違いは $\beta$ -CDによる包接に  
より生じたものである (図1参照)。この包接化合物の  
水溶液から有機溶媒で被包接物質を抽出したものの $^1\text{H}$   
-NMRを測定すると、このものはワニル- $n$ -ブチル  
エーテルと同じスペクトルパターンを示した。このこと  
から本包接化合物中には、ワニル- $n$ -ブチルエーテル  
が分解等されことなく包接されていることが確認され  
た。

【0018】実施例2 ワニル- $n$ -ブチルエーテルの  
1- $\beta$ -CD包接化合物の調製

\*に冷感剤、例えば1-メントール、1-イソプレゴール、3-  
(1-メントキシ)プロパン-1,2-ジオール、パラメンタ  
ン-3,8-ジオール、3-(1-メントキシ)2-メチルプロパ  
ン-1,2-ジオール、3-(1-メントキシ)プロパン-1-オー  
ル、3-(1-メントキシ)ブタン-1-オール、ペパーミン  
トオイル等と併用することによりそれらの冷感効果ある  
いは清涼感を増強、持続させることが可能であり、上述  
のような香粧品類、保険衛生材料、医薬品、飲食品等と  
して提供することが出来る。

【0015】

【実施例】次に、実施例及び試験例を挙げて更に詳細に  
説明するが、本発明はこれらの例により制限されるもの  
ではない。なお、以下の測定には次の機器を用いた。

G1- $\beta$ -CD (塩水港精糖社製) 3.89g (3.0mmol)  
を水15ml中に攪拌して溶かし、アセトン10mlに溶解した  
ワニル- $n$ -ブチルエーテル567mg (2.7mmol、0.9mol  
当量、対CD比14.6質量%)を添加して35°Cで約1時間  
攪拌後、アセトンを減圧留去し透明な溶液を得た。この  
溶液を凍結乾燥処理し、白色の乾燥包接化合物 4.40 g  
を得た。得られた包接化合物について水溶液の紫外外部吸  
収 (279nm) で包接化合物中のワニル- $n$ -ブチルエー  
テルを測定すると、質量比で約1：0.104 (1000mg中に  
ワニル- $n$ -ブチルエーテル104 mg含有)の包接化  
合物が得られていた。

【0019】実施例3 ワニル- $n$ -ブチルエーテルの  
 $\gamma$ -CD包接化合物の調製  
 $\gamma$ -CD (塩水港精糖社製) 12.9g (10mmol) を水52ml  
に30°Cで攪拌下溶解し、ここへワニル- $n$ -ブチルエー  
テル (高砂香料工業株式会社製) 1.89g (9mmol：0.9mo  
l 当量、対CD比 14.65質量%)を添加した。ワニル-  
 $n$ -ブチルエーテル添加とともに白色懸濁化した溶液を同  
温で約1時間攪拌した後、凍結乾燥を行い、目的とする  
ワニル- $n$ -ブチルエーテルの $\gamma$ -CD包接化合物 13.7  
g を白色の粉末として得た。得られた包接化合物につ  
いて水溶液の紫外外部吸収 (279nm) で包接化合物中のワ  
ニル- $n$ -ブチルエーテルを測定すると、質量比で約  
1：0.120 (1000mg中にワニル- $n$ -ブチルエーテル12  
0 mg含有)の包接化合物が得られていた。

【0020】上記実施例で得られた各種包接化合物の2  
0°Cの水に対する溶解性 (質量%) を表1に示す。表  
中、ワニル- $n$ -ブチルエーテルをVBEと記す。下表  
のように、包接化により水溶性が10～1000倍に向  
上することを確認した。

【0021】

【表1】

	包接化合物の溶解度	VBE濃度換算溶解度
VBE		< 0.002%
実施例1で得られたVBEの $\beta$ -CD包接化合物	> 0.27%	> 0.036%
実施例2で得られたVBEのG1- $\beta$ -CD包接化合物	> 20%	> 2%
実施例3で得られたVBEの $\gamma$ -CD包接化合物	> 0.18%	> 0.021%

#### 【0022】〈官能評価試験〉

##### 実施例4

実施例1にて調製したワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ -CD包接化合物 0.78g (ワニリル-n-ブチルエーテル 0.1 g含有)を100mlのメスフラスコに取り、局方エタノールで溶解し100mlとし、その溶液1mlを1000mlのメスフラスコにとり、蒸留水で1000mlとした。

##### 【0023】比較例1

比較のため、ワニリル-n-ブチルエーテル0.1 gを100mlのメスフラスコに取り、局方エタノールで溶解して100mlとし、その溶液1mlを1000mlのメスフラスコにとり、さらに0.68% $\beta$ -CD水溶液1mlを加え、全量を蒸留水で1000mlとした。

##### 【0024】試験例1

実施例4で得られたワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ -CD包接化合物の水溶液と、比較例1で得られたワニリル-n-ブチルエーテルと $\beta$ -CDの水溶液について温感、刺激感の評価を行った。5年以上経験した専門パネル8人により、上記水溶液10mlを20秒間口に含み、吐き出した後の温感、刺激感の強さの経時変化を7段階尺度で評価した。パネル8人の平均をとり、評価値とした。その結果を図2に示す。

【0025】試験例1より、ワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ -CD包接化合物は、包接化していないワニリル-n-ブチルエーテルより速効性に優れた温感、刺激感を与えていた。また、ワニリル-n-ブチルエーテルと $\beta$ -CDとの単なる混合物では効果が得られないことから、包接化の証明がなされた。

##### 【0026】実施例5

1-メントール(高砂香料工業株式会社製) 0.9 gと実施例1で得たワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ -CD包接

20 化合物 0.78 g (ワニリル-n-ブチルエーテル0.1 g含有)を100mlのメスフラスコに取り、局方エタノールで溶解し100mlとし、その溶液1mlを1000mlのメスフラスコにとり、蒸留水で1000mlとした。

##### 【0027】比較例2

比較のため、1-メントール0.9 gとワニリル-n-ブチルエーテル0.1 gを100mlのメスフラスコに取り、局方エタノールで溶解し100mlとし、その溶液1mlを1000mlのメスフラスコにとり、蒸留水で1000mlとした。

##### 【0028】試験例2

30 実施例5で得られた1-メントールとワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ -CD包接化合物の水溶液と、比較例2で得られた1-メントールとワニリル-n-ブチルエーテルの水溶液について冷感、清涼感の評価を試験例1と同様な方法で行った。その結果を図3に示す。試験例2より、ワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ -CD包接化合物をメントールと併用すると、包接化されていないワニリル-n-ブチルエーテルをメントールと併用したときよりも速効性、持続性に優れた冷感、清涼感を与えていた。

##### 【0029】試験例3 雑味感評価

40 実施例4で得られたワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ -CD包接化合物の水溶液と、比較例1で得られたワニリル-n-ブチルエーテルと $\beta$ -CDの水溶液について雑味感の評価を、試験例1と同様の専門パネル8人で行った。但し、評価は水溶液を口に含んだ直後の強度比較とした。結果を表2に示す。表2の結果により、本発明の包接化合物は、包接化されていないワニリル-n-ブチルエーテルよりも雑味感が著しく軽減されていることが確認された。

##### 【0030】

50 【表2】

雑味評価項目	実施例4の方が強いと答えた人数	比較例1の方が強いと答えた人数	差を認めなかった人数
渋味感 (収れん)	0	8	0
甘味感	0	7	1

## 【0031】実施例6

\*混合し、ガム100gを製造した。

ガム

【0032】

実施例1にて調製したワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ 

【表3】

-CD包接化合物を用いて、以下の処方で常法に従って\*

成分	配合割合 (質量%)
実施例1で調製した ワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ -CD包接化合物	0.1
ミントフレーバー	1.0
水飴	13.0
ガム樹脂	20.0
粉糖	残部

## 【0033】実施例7

\*混合し、歯磨剤100gを製造した。

歯磨剤

【0034】

実施例1にて調製したワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ 

【表4】

-CD包接化合物を用いて、表4の処方で常法に従って\*

成分	配合割合 (質量%)
実施例1で調製した ワニリル-n-ブチルエーテル $\beta$ -CD包接化合物	0.037
1-メントール	0.5
リン酸水素カルシウム(2水和物)	50.0
グリセリン	25.0
ラウリル硫酸ナトリウム	1.4
カルボキシメチルセルロースナトリウム	1.5
サッカリンナトリウム	0.15
安息香酸ナトリウム	0.05
香料	0.1
精製水	残部

## 【0035】実施例8

50 炭酸飲料

実施例1にて調製したワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$  \*【0036】  
 -CD包接化合物を用いて、表5の処方に基づき、炭酸 【表5】  
 飲料を作製した。 \*

成 分	配合割合 (質量%)
レモンジュース濃縮液	0.45
液糖 (果糖ぶどう糖)	12.9
レモンフレーバー	0.1
実施例1で調製した ワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ -CD包接化合物	0.0074
水	20.0
炭酸水	残部

【0037】実施例9

※混合し、ドリンク剤を製造した。

ドリンク剤

【0038】

実施例1にて調製したワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$  20 【表6】

-CD包接化合物を用いて、表6の処方で常法に従って※

成 分	配合割合 (質量%)
果糖ぶどう糖液糖	26.0
ハチミツ	1.0
クエン酸	0.72
ビタミンB <sub>1</sub> リン酸エステルナトリウム	0.005
ビタミンB <sub>6</sub>	0.005
ニコチン酸アミド	0.02
ビタミンB <sub>12</sub> 硝酸塩	0.005
イノシトール	0.05
緑茶エキス	0.05
実施例1で調製した ワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ -CD包接化合物	0.008
香料	0.12
水	残部

【0039】実施例10

混合し、入浴剤100gを製造した。

入浴剤

【0040】

実施例1にて調製したワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$  【表7】

-CD包接化合物を用いて、表7の処方で常法に従って



成 分	配合割合 (質量%)
実施例1で調製した ワニリル-n-ブチルエーテル $\beta$ -CD包接化合物	0.5
塩化ナトリウム	10.0
無水ケイ酸	0.5
色素	0.001
香料	0.1
中性無水硫酸ナトリウム	残部

【0041】実施例11

\* 従って混合し、頭髮用ローション100gを製造した。

頭髮用ローション

【0042】

実施例2にて調製したワニリル-n-ブチルエーテルのG

【表8】

1- $\beta$ -CD包接化合物を用いて、表8の処方で常法に\*

成 分	配合割合 (質量%)
実施例2で調製した ワニリル-n-ブチルエーテルのG 1- $\beta$ -CD包接化合物	2.0
$\beta$ -グリチルレチン酸	0.2
l-メントール	0.1
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	5.0
BHT(2, 6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール)	0.03
香料	0.05
精製水	残部

【0043】実施例12

混合し、口腔洗浄料100gを製造した。

口腔洗浄料

【0044】

実施例1にて調製したワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ 

【表9】

-CD包接化合物を用いて、表9の処方で常法に従って

成分	配合割合 (質量%)
実施例1で調製した ワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ -CD包接化合物	1.0
エタノール	12.5
ラウリル硫酸ナトリウム	1.25
グリセリン	10.0
1-メントール	0.1
サッカリン	0.001
色素	0.003
香料	0.05
精製水	残部

【0045】実施例13

\*で混合し、ローション100gを製造した。

ローション

20 【0046】

実施例3にて調製したワニリル-n-ブチルエーテルの $\gamma$ 

【表10】

-CD包接化合物を用いて、表10の処方で常法に従っ\*

成 分	配合割合 (質量%)
実施例3で調製した ワニリル-n-ブチルエーテルの $\gamma$ -CD包接化合物	1.0
ヘチマ抽出液	2.0
1,3-ブチレングリコール	5.0
クエン酸ナトリウム	0.1
エタノール	15.0
色素	0.0005
香料	0.05
精製水	残部

【0047】実施例14

40 て混合し、シャンプー組成物100gを製造した。

シャンプー

【0048】

実施例1にて調製したワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ 

【表11】

-CD包接化合物を用いて、表11の処方で常法に従っ

成 分	配合割合 (質量%)
実施例1で調製した	
ワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ -CD包接化合物	1.0
デカン酸	0.05
ラウリル硫酸トリエタノールアミン	18.5
ヒドロキシプロピルメチルセルロース 1%水溶液	15.0
ラウリル硫酸アンモニウム	8.0
ココマイド	4.0
パルミチン酸	0.3
1,3-ジメチロール-5,5-ジメチルヒダントン	0.15
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム	0.05
クエン酸	0.03
塩化ナトリウム	0.02
香料	0.07
精製水	残部

【0049】

【発明の効果】以上述べたように本発明の新規なワニリルアルコール誘導体（VE）のサイクロデキストリン包接化合物、及びそれを含有する組成物はVEの雑味、水溶性、安定性を著しく改善し、且つ、より優れた辛味、温感効果、及び冷感剤と併用したときの冷感あるいは清涼感効果の強度及び持続性を著しく向上させるものであり、香粧品類、保険衛生材料、医薬品、飲食品などとしての効果、応用範囲を著しく向上させるものである。

【図面の簡単な説明】

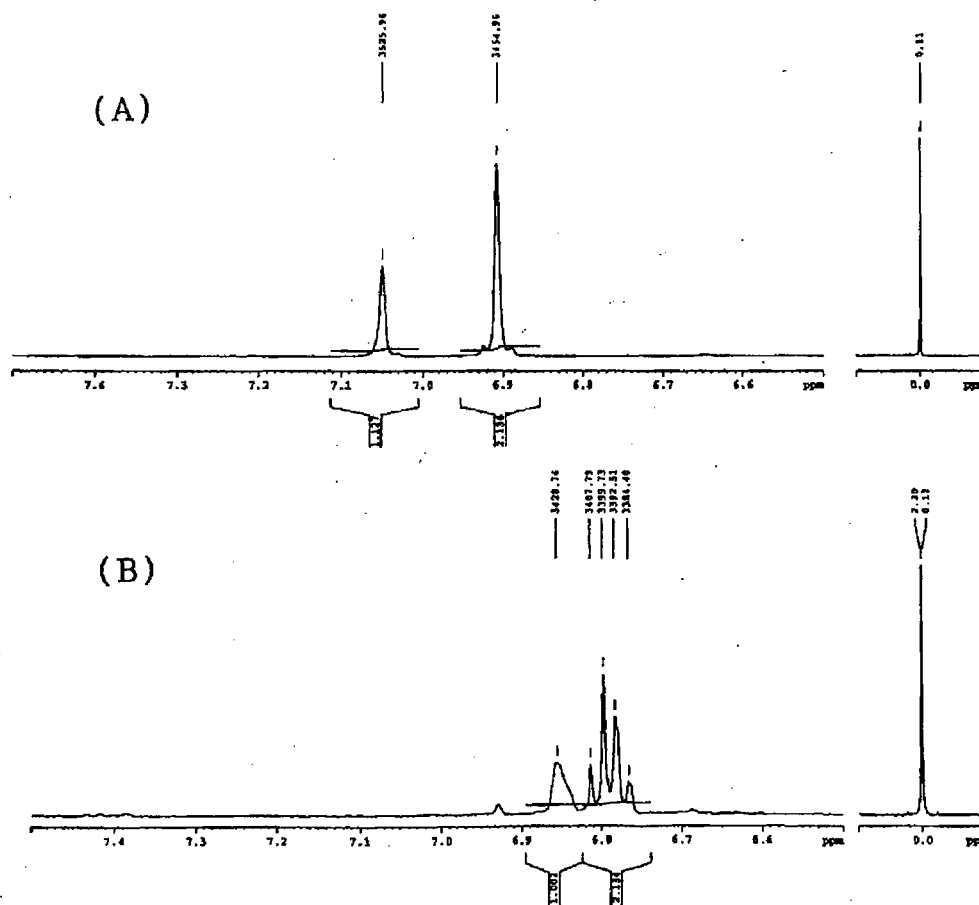
【図1】ワニリル-n-ブチルエーテルの芳香環部位の $^1\text{H}$

-NMRスペクトル(A)と、実施例1で得られたワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ -CD包接化合物の $^1\text{H}$ -NMRスペクトル(B)である。

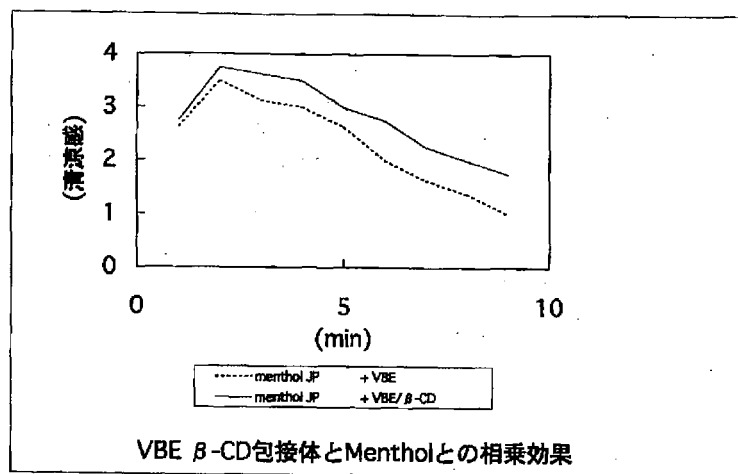
【図2】実施例4で得られたワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ -CD包接化合物水溶液と、比較例1で得られたワニリル-n-ブチルエーテルと $\beta$ -CDの水溶液の温感、刺激感の評価のグラフである。

30 【図3】実施例5で得られた1-メントールとワニリル-n-ブチルエーテルの $\beta$ -CD包接化合物水溶液と、比較例2で得られた1-メントールとワニリル-n-ブチルエーテル水溶液の冷感・清涼感の評価のグラフである。

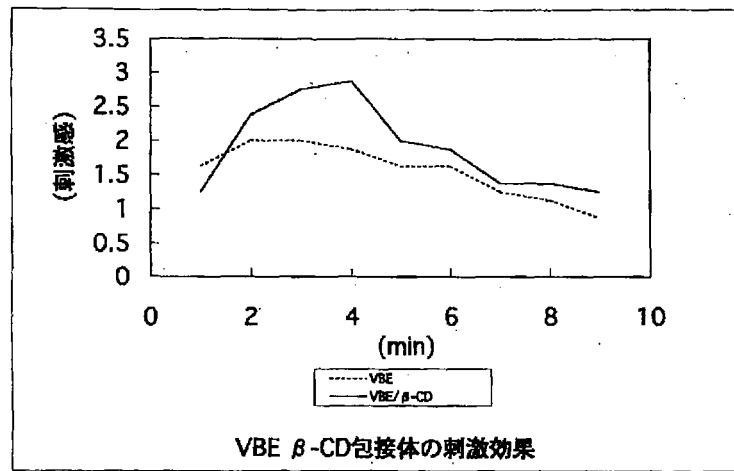
【図1】



【図3】



【図2】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.	識別記号	F I	テーマコード (参考)
A 6 1 K 7/00		A 6 1 K 7/00	J W M
	7/075	7/075	
	7/16	7/16	
	7/46	7/46	B
	3 7 1		3 7 1
	4 4 1		4 4 1
	7/50	7/50	
C 0 7 B 63/02		C 0 7 B 63/02	B
C 0 7 C 41/46		C 0 7 C 41/46	
// A 2 3 L 2/00		A 2 3 L 2/38	Z
	2/38	2/00	B
			T

(72)発明者 天野 章  
 神奈川県平塚市西八幡1丁目4番11号 高  
 砂香料工業株式会社総合研究所内

F ターム(参考) 4B014 GB13 GK05 GL03 GL11 GP01  
4B017 LC02 LE10 LK06 LK13 LL01  
4B047 LB09 LE01 LE06 LF07 LF09  
LG12 LG28 LP02  
4C083 AA112 AB292 AB332 AB352  
AC102 AC122 AC242 AC302  
AC432 AC471 AC472 AC482  
AC532 AC782 AC852 AC862  
AD251 AD252 AD272 AD282  
AD532 BB41 CC04 CC25  
CC37 CC38 CC41 DD16 DD22  
DD23 EE06  
4H006 AA01 AA02 AB10 AB12 AC93  
AD40 BB31 BC31 GP01 GP03  
GP12